

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
—
PARIS
—

①① N° de publication :

2 807 955

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

00 05257

⑤① Int Cl⁷ : **B 05 D 1/18**, B 05 C 3/02, B 01 J 3/00, A 23 B 4/18, 4/
26, 7/153, 7/158

⑫

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ PROCÉDE ET DISPOSITIF D'IMPREGNATION PAR IMMERSION SOUS PRESSION VARIABLE DE PRODUITS POREUX D'ORIGINE ANIMALE OU VÉGÉTALE.

②② Date de dépôt : 25.04.00.

③③ Priorité :

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : *CENTRE DE COOPERATION
INTERNATIONALE EN RECHERCHE
AGRONOMIQUE POUR LE DEVELOPPEMENT
Etablissement public à caractère industriel et
commercial — FR.*

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 26.10.01 Bulletin 01/43.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 25.04.03 Bulletin 03/17.

⑦② Inventeur(s) : BOHUON PHILIPPE, COLLIGNAN
ANTOINE, DEUMIER FRANÇOIS Y R, GOUNELLE
DENIS, MAROUZE CLAUDE et MEOT JEAN
MOCHEL.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

⑦③ Titulaire(s) :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦④ Mandataire(s) : BEAU DE LOMENIE.

FR 2 807 955 - B1



Procédé et dispositif d'imprégnation par immersion sous pression variable de produits poreux d'origine animale ou végétale

La présente invention est relative à un procédé et à un dispositif d'imprégnation
5 par immersion sous pression variable de produits poreux d'origine animale ou végétale.

L'invention s'applique à l'imprégnation de produits poreux notamment d'origine végétale ou animale. On entend ici par "produit poreux" tout produit comprenant des pores mais aussi des produits susceptibles d'être infiltrés par une phase liquide de par
10 la présence notamment d'un réseau capillaire.

L'invention s'applique notamment à l'imprégnation de produits poreux, tels que bois ou végétaux, par des substances conservatrices, au salage et/ou à la déshydratation de produits carnés (viandes et poissons) ainsi qu'à la déshydratation et à la formulation de fruits et légumes.

15 Il est connu du document EP 625 314 un procédé de salage de fromage qui est plongé dans une solution osmotique constituée d'une saumure contenant 20 % de chlorure de sodium, dans lequel on soumet le conteneur recevant la solution à plusieurs cycles comportant chacun les étapes suivantes :

- abaissement de la pression à 50 mbar, et maintien à cette pression pendant
20 30 minutes, puis
- retour à la pression atmosphérique (1 030 mbar), puis
- circulation de la saumure pendant une heure.

Ce procédé est mis en œuvre à l'aide d'une pompe à anneau liquide destinée à mettre le conteneur en dépression.

25 Selon ce document, l'abaissement de la pression provoque un dégazage partiel des pores du fromage qui sont « ouverts » (en contact avec la solution de traitement), et le retour à la pression atmosphérique provoque la pénétration de la solution dans la partie du pore « ouvert » laissée libre.

Il existe de nombreux autres procédés d'imprégnation de tels matériaux poreux
30 par immersion.

Un inconvénient des procédés et dispositifs connus résulte de la quantité importante d'énergie qu'ils nécessitent.

Un autre inconvénient réside dans des durées de traitement longues pour traiter les matériaux en profondeur, et/ou dans la faible profondeur de traitement.

- 5 Un objectif de l'invention est de proposer un procédé amélioré d'imprégnation de tels matériaux poreux, et des dispositifs pour sa mise en œuvre.

Un objectif de l'invention est de remédier en partie au moins, aux inconvénients des procédés et dispositifs connus.

- 10 Selon un premier aspect, l'invention consiste en un tel procédé dans lequel on réalise une diminution progressive et contrôlée de la pression du matériau préalablement immergé dans une phase liquide de traitement à la pression atmosphérique, jusqu'à une pression minimale, suivie d'une augmentation progressive (et contrôlée) de la pression jusqu'à la pression atmosphérique.

- 15 Plus particulièrement, on provoque une expansion volumique contrôlée de la phase gazeuse occluse dans le matériau par une diminution progressive et contrôlée de la pression du matériau préalablement immergé dans une phase liquide de traitement à la pression atmosphérique, jusqu'à une pression minimale (P_v), suivie d'une infiltration progressive et contrôlée de la phase liquide de traitement dans le matériau par une augmentation progressive et contrôlée de la pression jusqu'à la
20 pression atmosphérique.

Dans un mode de réalisation, ladite pression minimale est suffisamment basse pour provoquer l'ébullition d'une partie de l'eau contenue dans ledit matériau à la température de traitement. On provoque ainsi la création d'une phase vapeur d'eau générée par l'ébullition d'une partie de l'eau.

- 25 L'invention repose sur la constatation surprenante qu'à la différence du procédé du document EP 625 314 dans lequel on provoque une impulsion de vide, un procédé selon l'invention provoque l'apparition, au sein du matériau traité, de cavités dont certaines communiquent avec la solution de traitement ; ainsi, la porosité du matériau est augmentée et son imprégnation par la solution de traitement est facilitée ;
30 un autre effet surprenant consiste en ce que le procédé augmente le gain du matériau en soluté, sans modification sensible de la perte en eau du matériau. En outre, le

caractère progressif et contrôlé de la variation de pression permet de moduler de manière contrôlée la quantité de solution infiltrée dans le produit, ainsi que le niveau de destructuration du produit en fonction du résultat recherché.

Des résultats particulièrement satisfaisants ont été constatés dans le traitement de produits carnés (d'origine animale) en maintenant lesdites variations (diminution puis augmentation) contrôlées de la pression dans une plage allant de 10^3 pascal/seconde à 10^6 pascal/seconde ; de préférence on maintient simultanément la température de la phase liquide et du matériau dans une plage allant de 0°C à 15°C , la valeur de ladite pression minimale étant située dans une plage allant de 600 Pa à 1 700 Pa.

Pour le traitement de fruits, légumes et herbes aromatiques, on fait de préférence varier la pression selon une progression moyenne dont la valeur est située dans une plage allant de 250 Pascal/seconde à 10^6 Pascal/seconde ; selon le type de matériau et de phase liquide de traitement, et selon la valeur de la pression minimale, la température est maintenue dans une plage allant de 0°C à 90°C .

Pour le traitement de bois et matériaux ligneux similaires, le rythme de variation de la pression peut être situé dans une plage allant de 10 Pascal/seconde à 10^6 Pascal/seconde, la température étant de préférence maintenue à une valeur située entre 10°C et 100°C .

Selon un autre aspect surprenant du procédé selon l'invention, il s'est avéré qu'il n'était pas nécessaire, contrairement aux procédés connus, de maintenir la pression minimale, c'est à dire le vide partiel, pendant une durée importante pour obtenir un traitement satisfaisant ; il semble en effet ressortir des essais réalisés que l'ébullition et l'augmentation de la porosité sont essentiellement favorisés par les phases transitoires du procédé, plutôt que par la durée de la phase stationnaire de maintien à la pression minimale qui s'est avérée non nécessaire, quoique préférée.

La valeur de cette pression minimale est de préférence choisie dans une plage allant de 600 à 1 700 Pa pour les procédés d'origine animale, de 600 à 70 000 Pa pour les procédés d'origine végétale non ligneux, et de 1 200 à 90 000 Pa pour les produits ligneux tels que le bois, la diminution de cette pression augmentant la quantité de soluté imprégné dans les pores du matériau, et la profondeur de pénétration.

De préférence, dans un procédé selon l'invention, on effectue plusieurs cycles successifs comportant chacun les étapes successives suivantes :

5 - diminution contrôlée et progressive de la pression, à partir de la pression atmosphérique jusqu'à ladite pression minimale ; la durée de cette étape est de préférence comprise entre 0,1 sec et 120 sec ;

- maintien de la pression à ladite pression minimale (vide partiel) pendant une durée comprise entre 0 sec et 360 sec ;

10 - augmentation contrôlée et progressive de la pression à partir de la pression minimale jusqu'à la pression atmosphérique ; la durée de cette étape est de préférence comprise entre 0,1 sec et 120 sec ;

- maintien de la pression à ladite pression atmosphérique pendant une durée comprise entre 0 sec et 360 sec.

Ainsi, la durée totale de chaque cycle est de préférence située dans une plage allant de 0,2 sec à 10 minutes. Le nombre de cycles dépend de la taille du produit.
15 Ainsi, le traitement comporte par exemple, pour une viande de petite épaisseur de produit, notamment de 1 à 2 cm d'épaisseur, de 2 à 20 cycles - en particulier de 2 à 5 cycles, soit une durée totale de traitement allant de 0,4 sec à 50 minutes. Pour une durée totale de traitement déterminée, le gain en soluté augmente et la perte en eau diminue lorsque le nombre de cycles augmente.

20 Selon un autre aspect, un dispositif selon l'invention comporte des moyens de mesure, de contrôle (c'est à dire de commande) de la vitesse de dépressurisation et/ou de la vitesse de pressurisation, de sorte que la cinétique de ces étapes étant maîtrisée, on peut maintenir ces vitesses dans des plages de valeur permettant la création, au sein des tissus du matériau de cavités dont il résulte une augmentation de
25 la porosité ; lorsqu'un appareil d'aspiration non volumétrique est utilisé pour l'aspiration en vue de la mise sous vide partiel du conteneur recevant les matériaux à traiter (et la solution dans laquelle ces matériaux sont immergés), en particulier lorsqu'on utilise une pompe à anneau liquide, le dispositif selon l'invention comporte un réservoir (de « vide ») intercalé entre ledit conteneur et l'appareil d'aspiration, et
30 comporte une vanne de régulation entre le conteneur et le réservoir ainsi que de préférence une vanne de sectionnement entre le réservoir et l'appareil d'aspiration ;

ledit réservoir est de préférence conçu et dimensionné pour assurer, par sa mise en communication avec le conteneur et grâce à la commande adéquate de la vanne de régulation par un ordinateur ou matériel analogue recevant un signal délivré par un capteur de pression, ladite dépressurisation progressive du conteneur ainsi que, le cas échéant, le palier de maintien à la pression minimale.

Selon un mode particulier de réalisation illustré figure 2, le dispositif comporte deux réservoirs de « vide » raccordés en parallèle et connectés audit conteneur et audit appareil d'aspiration ; ceci permet d'accélérer le rythme des cycles en faisant fonctionner l'appareil d'aspiration de façon sensiblement continue ; lors d'un premier cycle, un premier réservoir préalablement dépressurisé est isolé de l'appareil d'aspiration et est utilisé pour dépressuriser le conteneur ; pendant ce temps, le deuxième réservoir qui est isolé du conteneur, est mis en communication avec l'appareil d'aspiration pour le dépressuriser ; lors d'un deuxième cycle consécutif au premier cycle, les rôles des deux réservoirs sont inversés, l'état des vannes d'entrée et de sortie de ces réservoirs étant également inversés.

Selon une variante préférée de réalisation, la dépressurisation du conteneur, le maintien à la pression minimale et la pressurisation ultérieure sont assurés par des moyens permettant d'augmenter et de diminuer le volume d'une cavité qui est en communication directe avec le conteneur ; en particulier ces moyens sont essentiellement constitués par un piston mobile en translation dans une chambre communiquant avec la partie inférieure du conteneur, qui constitue donc un appareil d'aspiration volumétrique ; dans ce cas, le contrôle de la dépressurisation (jusqu'à la pression minimale) et de la pressurisation ultérieure sont assurés très simplement en mesurant la pression dans le conteneur et en commandant le déplacement du piston pour assurer la variation de pression souhaitée.

Selon un mode préféré de réalisation, le dispositif comporte un deuxième conteneur communiquant avec le premier conteneur (c'est à dire le conteneur principal recevant le matériau à traiter) en partie basse ; ce deuxième conteneur contient la même solution de traitement que le premier conteneur ; tandis que le premier conteneur est complètement rempli de la solution, sans contenir de gaz en partie supérieure, le deuxième conteneur comporte en partie supérieure un tampon gazeux facilitant l'obtention d'une variation progressive de la pression dans le premier conteneur lors du mouvement du piston ; cette conception facilite en outre le dégazage

de la solution contenue dans le premier conteneur, lequel dégazage est de préférence effectué préalablement au traitement.

5 En outre, l'utilisation d'un actionneur à piston - tel qu'un vérin - permet, en choisissant un diamètre et une course de piston suffisants, d'utiliser cet actionneur pour vider (et inversement remplir) le premier conteneur de la solution qu'il contient, ce qui facilite l'introduction (et inversement l'extraction) des matériaux à traiter dans le premier conteneur.

Les procédés et dispositifs selon l'invention permettent donc d'accélérer le traitement et d'en diminuer le coût énergétique.

10 D'autres avantages et caractéristiques de l'invention seront compris au travers de la description suivante qui se réfère aux dessins annexés, qui illustrent sans aucun caractère limitatif des modes préférentiels de réalisation de l'invention.

15 Les figures 1 et 5 sont deux chronogrammes illustrant chacun les variations de la pression en fonction du temps pendant des cycles successifs selon deux modes de réalisation d'un procédé de traitement selon l'invention.

La figure 2 illustre schématiquement les principaux composants d'un mode de réalisation d'un dispositif selon l'invention.

La figure 3 illustre schématiquement les principaux composants d'un autre mode de réalisation d'un dispositif selon l'invention.

20 La figure 4 illustre en vue en perspective le dispositif de la figure 3.

Comme illustré figure 1, chaque cycle de variation de pression régnant dans le conteneur étanche renfermant les produits à traiter immergés dans une solution de traitement, comporte quatre étapes :

25 a) une première étape de durée t_0 , pendant laquelle la pression régnant dans le conteneur varie de la pression atmosphérique (P_a) jusqu'à la pression de vide (P_v), c'est à dire ladite pression minimale ;

b) une deuxième étape de durée t_1 , pendant laquelle la pression dans le conteneur est maintenue à la pression de vide (P_v) ;

c) une troisième étape de durée t_2 , pendant laquelle la pression dans le conteneur varie de la pression de vide (P_v) jusqu'à la pression atmosphérique (P_a) ;

d) une quatrième étape de durée t_3 , pendant laquelle la pression dans le conteneur est maintenue à la pression atmosphérique P_a .

5 Comme illustré sur ces figures, la variation de la pression de traitement peut varier de façon linéaire pendant les étapes a) de dépressurisation et c) de pressurisation ; cependant, il est possible de réaliser des variations non linéaires de la pression durant ces phases, en restant cependant de préférence à l'intérieur des
10 plages préférées de vitesse de variation définies ci-avant ; en outre, comme évoqué ci-dessus, il n'est pas critique de maintenir une pression absolument constante durant les phases b) et d) ci-dessus : il est possible, en variante, de provoquer des variations de pression comme illustré schématiquement figure 5.

Ces paramètres peuvent être optimisés au cas par cas, en se basant sur les considérations suivantes, résultant des observations effectuées :

15 - pour une durée de traitement déterminée, lorsque le nombre de cycles augmente, le gain en soluté augmente et la perte en eau diminue ;

- plus le rapport cyclique t_1/t_3 augmente, plus le gain en soluté augmente et plus la perte en eau diminue ;

20 - le choix de P_v et de la température permet le contrôle de la mise en ébullition de l'eau incluse dans le matériau.

Dans le mode de réalisation illustré figure 2, le dispositif 1 comporte une enceinte 2 de traitement des produits 3 ; cette enceinte de traitement renferme le liquide 4 de traitement et présente un volume mort de gaz incondensable le plus faible possible, de préférence nul, au début du traitement ; les produits sont immergés
25 pendant toute la durée du traitement au moyen de claies et/ou de grilles ; deux réservoirs 5, 6 à vide sont ici proposés afin de limiter la puissance de la pompe à vide 7 ; néanmoins un second réservoir 6 n'est pas indispensable si la pompe à vide permet de diminuer la pression du réservoir 5 de P_a à au moins P_v en moins de $(t_1 + t_2 + t_3)$.

30 Le dispositif illustré figures 3 et 4 comporte trois sous-ensembles principaux :

- une enceinte 17 de traitement (constituant ledit premier conteneur) contenant le produit à traiter et la solution d'immersion, un serpentin 18 pour le contrôle de la température à l'intérieur de cette enceinte, un capteur 20 piézorésistif pour la mesure de la pression absolue régnant dans l'enceinte, un thermocouple 26 pour la mesure de la température intérieure, et un système de deux vannes 11, 12 successives en partie haute 14 de l'enceinte 17, pour obturer celle-ci ; une soupape de sécurité peut être raccordée au conduit 19 pour éviter toute surpression dans l'enceinte 17 risquant d'endommager notamment le capteur 20 ;

- une fiole 15 de réserve (constituant ledit deuxième conteneur) pour la solution d'immersion, munie d'une vanne 13 en partie haute pour le remplissage de la fiole et le maintien sous pression des volumes internes du dispositif ; la fiole est reliée par une tubulure 16 en partie basse de l'enceinte 17 de traitement ; cette fiole permet en outre l'introduction d'un volume de gaz (air ambiant) pour faciliter la maîtrise de l'expansion des gaz au cours du procédé ;

- un vérin 22 permettant la mise en dépression de l'enceinte 17 et de la fiole 15, le contrôle et le maintien de cette dépressurisation, ainsi que de la pressurisation jusqu'à la pression atmosphérique ; ce vérin comporte un piston 23 mobile dans une chambre 24 connectée en partie basse de l'enceinte 17 ; le piston est mis en mouvement de translation selon l'axe 25 incliné par rapport à la verticale, par un vérin à glissière commandé par un moteur électrique asservi qui entraîne en rotation une vis sans fin (dont la vitesse de rotation est commandée par la tension appliquée au moteur électrique).

L'ensemble du dispositif est piloté par un ordinateur qui contrôle la course du piston 23 de mise en dépression, le niveau de pression, l'ouverture et la fermeture des électrovannes de l'enceinte de traitement, et les paramètres (durée) d'un cycle de traitement.

L'ensemble est monté sur un support 30 figure 4.

A cet équipement s'ajoute des moyens (non représentés) de mise en circulation et en température du fluide caloporteur circulant dans le serpentin 18 pour le maintien d'une température de consigne dans l'enceinte de traitement, ainsi qu'un dispositif de recyclage de la solution de traitement ; afin d'optimiser l'expansion du

matériau à traiter et d'augmenter sa porosité effective au cours de la phase sous vide, un second piston et/ou un générateur d'ultrasons dans la solution peuvent être prévus.

Outre le contrôle des différentes paramètres de l'immersion sous vide à pression variable, ce dispositif permet d'identifier les gaz libérés en phase sous vide partiel du matériau immergé dans la solution et de quantifier leur volume ; il est en effet possible de choisir un niveau de consigne de pression au-dessus des phénomènes de dégazage ou ébullition du matériau et de piloter l'ouverture de l'électrovanne 12 jusqu'à éliminer les gaz dans les volumes internes 14, 17 de traitement. Le volume de gaz est alors emprisonné entre l'électrovanne 12 et la vanne 11 ; une seringue peut être utilisée pour l'extraction de ces gaz libérés pour leur identification.

L'usage du piston permet facilement d'atteindre de façon contrôlée la pression d'ébullition du solvant interne au matériau en température environnante, notamment en une durée t_0 inférieure à la seconde.

Pour l'étape préalable de dégazage de la solution de traitement, on utilise le dispositif présenté ci-avant pour expulser sous forme gazeuse les gaz dissous dans la solution de traitement ; pour cela, la solution est introduite, par le flacon 15 de réserve, la vanne 13 et le conduit 16, dans l'enceinte 14, 17 de traitement ; la température de consigne du traitement à venir est maintenue par l'échangeur 18.

Cette solution est ensuite mise en dépression jusqu'au niveau de la consigne de pression de vide à atteindre, et maintenue à cette consigne le temps nécessaire au dégazage complet des gaz dissous.

La solution est ensuite ramenée à la pression atmosphérique ; le volume de gaz ainsi créé est piégé en partie haute évasée 14 de l'enceinte 17 puis est purgée de l'enceinte ; le niveau de la solution est réajusté en introduisant de la solution non dégazée ; d'autres cycles de dépressurisation et repressurisation peuvent être réalisés jusqu'à constater l'absence d'ébullition de la solution dans la plage de pression recherchée au cours du traitement à venir.

Le matériau à traiter est alors immergé au sein de la solution de traitement dégazée. La température de consigne est maintenue. L'ensemble est ensuite mise en

dépression jusqu'à obtenir l'ébullition du solvant contenu dans le matériau avec dégazage préalable ou simultané des gaz occlus et/ou dissous dans ce même solvant.

Les bulles ainsi obtenues au sein du matériau par la mise sous vide, grâce à une consigne en pression suffisamment basse, cherchent à s'échapper sous l'effet des forces volumiques de gravité vers la partie haute du produit ; il se crée une expansion du produit suivant ses caractéristiques structurelles ; les bulles générées empruntent soit les conduits des pores existants soit génèrent une déstructuration du produit avec création de porosité ; outre la consigne de pression qui permet de s'affranchir de la barrière d'activation de ces bulles internes aux matériaux, la durée du palier à cette consigne permet de contrôler ce phénomène de déstructuration du matériau ; les bulles de gaz ainsi générées quittent les pores tant que la pression interne au matériau reste supérieure à la pression externe. L'ensemble produit/solution est ensuite progressivement ramenée à la pression atmosphérique initiale. Durant cette remontée, l'ébullition interne est stoppée ainsi que le dégazage des gaz occlus et/ ou dissous dans le matériau ; la compression des gaz résiduels obtenus dans les pores comme décrits ci-avant crée un volume libre qui se remplit de la solution de traitement : on a ainsi obtenu une infiltration de solution exogène dans la structure du matériau.

Ce volume de solution est ensuite en partie emprisonné dans le matériau lors du maintien à la pression atmosphérique (on parle alors de solution occluse), laissant place notamment au phénomène diffusif permettant une imprégnation des solutés de la solution occluse vers le cœur du matériau ; le gain en volume de solution infiltrée et de surface d'échange des phénomènes diffusifs est un point essentiel apporté par ce procédé par ébullition du solvant interne au produit.

Un autre avantage notable apporté apparaît grâce à la maîtrise des transports de matières au travers de la surface interne des pores créés lors de l'ébullition ; en effet, en fonction de la concentration initiale en soluté de la solution infiltrée, de la concentration en soluté du produit, du diamètre des pores, le temps de maintien à la pression minimale peut être déterminé de façon optimale pour fixer la perte ou le gain en solvant de la solution exogène et le gain en soluté dans le produit. On est en présence d'un mécanisme de diffusion en condition de concentration décroissante entre la solution infiltrée et la surface internes des pores du produit.

Simultanément, la diffusion classique d'imprégnation par immersion entre la solution externe et la surface externe du produit se poursuit, a priori essentiellement en phase de pression atmosphérique ; il est à penser que l'ébullition obtenue sous le vide partiel limite ce mécanisme.

5 Un nouveau cycle peut alors être mise en œuvre ; la multiplication des cycles permet, d'un point de vue hydrodynamique, d'augmenter le volume des pores créés, voire la formation de nouveaux pores occasionnant une déstructuration progressive du matériau, et ainsi accroître le volume de solution infiltrée à chaque retour à la pression atmosphérique.

10 On peut alors contrôler les niveau de diffusion des solutés au travers de la surface interne des pores et le rendement massique du procédé (gains en soluté et en solvant du matériau).

15 A chaque cycle, une nouvelle quantité de solution exogène de concentration donnée est infiltrée lors de la remise en pression atmosphérique, laissant alors place au mécanisme diffusif.

Après une série de cycles, la solution infiltrée est emprisonnée dans le matériau.

20 Outre les caractéristiques de composition de la solution de traitement en vue d'obtention d'un produit final donné, il faut bien sûr veiller à ce que la pression d'ébullition de la solution soit inférieure à celle du solvant (eau) lié au cœur du matériau ; pour un solvant identique au cœur du matériau et de la solution de traitement, ceci se traduit, d'après la loi de Raoult, par un niveau de concentration en solutés minimal dans la solution de traitement pour respecter cette condition ; plus ce
25 niveau sera élevé, plus la pression d'ébullition sera basse ; sinon, l'effet du procédé serait nul, la solution de traitement pas assez concentrée se mettant à bouillir sans que l'on obtienne l'ébullition du solvant lié au matériau.

Les tableaux ci-après récapitulent les principales données expérimentales de traitements réalisés avec le dispositif des figures 3 et 4, en faisant varier la pression de façon sensiblement linéaire.

Influence de la matière première

	Traitement 1 Témoin à pression atmosphérique	Traitement 2 Immersion sous Vide lente	Traitement 3 Immersion sous Vide rapide
Produit traité	Gel modèle $2 \times 2 \times 2$ 0	Gel modèle $2 \times 2 \times 2$ 0	Gel modèle $2 \times 2 \times 2$ 0
Dimensions (cm ³)	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau
Porosité estimée (% v/v)	Pression atmosphérique	20 kPa	20 kPa
Solution	20	20	20
Pression minimale (kPa)			
Température (° C)			
Cycles			
T0 (s)	0	100	1
T1 (s)	0	30	89
T2 (s)	0	20	1
T3 (s)	0	30	89
Durée d'un cycle (s)	0	180	180
Nombre de cycles	0	10	10
Temps de traitement (minutes)	120	120	120
Perte en eau (kg/100 kg m.i.*)	17,20	17,32	17,67
Gain en sel (kg/100 kg m.i.*)	13,17	13,65	13,31

Sur un produit non poreux et dépourvu de gaz occlus et dissous, le procédé d'immersion sous vide selon l'invention n'induit aucune différence significative en terme de transferts de matières.

* m.i. = matière initiale

Intérêt de l'ébullition

	Traitement 1 Témoin à pression atmosphérique	Traitement 2 Immersion sous Vide rapide	Traitement 3 Immersion sous Vide en conditions d'ébullition
Produit traité	Viande de dinde	Viande de dinde	Viande de dinde
Dimensions (cm ³)	2 × 2 × 2	2 × 2 × 2	2 × 2 × 2
Porosité estimée (% v/v)	1,7	1,7	1,70
Solution	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau
Pression minimale (kPa)	Pression atmosphérique	20 kPa	3 kPa
Température (° C)	20	20	20
Cycles			
t0 (s)	0	1	1
t1 (s)	0	89	89
t2 (s)	0	1	1
t3 (s)	0	89	89
Durée d'un cycle (s)	0	180	180
Nombre de cycles	0	10	10
Temps de traitement (minutes)	30	30	30
Perte en eau (kg/100 kg m.i.)	9,56	8,96	6,51
Gain en sel (kg/100 kg m.i.)	6,17	14,16	8,97
Densité de coloration (%)	32,95	66,20	81,15
Profondeur moyenne d'infiltration (mm)	1,83	4,22	5,75

Dans le cas d'un produit présentant une porosité, l'immersion sous vide selon l'invention se traduit par une augmentation du gain en sel (+ 129 %) et une diminution de la perte en eau (- 6 %) par rapport à un saumurage classique. De plus, la solution s'infiltre en profondeur en immersion sous vide (+ 130 %) alors qu'elle diffuse seulement en périphérie en saumurage.

Par rapport à une immersion sous vide simple, l'immersion sous vide en conditions d'ébullition augmente la profondeur d'infiltration de la solution dans le produit (+ 36 %). Cependant, si la perte en eau est plus faible en conditions d'ébullition (- 27 %), le gain en sel lui aussi diminue (- 37%).

Intérêt de la vitesse de dépressurisation et dépressurisation

	Traitement 1 Témoin à pression atmosphérique	Traitement 2 Immersion sous Vide lente	Traitement 3 Immersion sous Vide rapide
Produit traité	Viande de dinde 2 x 2 x 2	Viande de dinde 2 x 2 x 2	Viande de dinde 2 x 2 x 2
Dimensions (cm ³)	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau
Solution	Pression atmosphérique 20	20 kPa 20	20 kPa 20
Pression minimale (kPa)			
Température (°C)			
Cycles			
t0 (s)	0	100	1
t1 (s)	0	30	89
t2 (s)	0	20	1
t3 (s)	0	30	89
Durée d'un cycle (s)	0	180	180
Nombre de cycles	0	10	10
Temps de traitement (minutes)	30	30	30
Perte en eau (kg/100 kg m.i.)	9,56	7,35	8,96
Gain en sel (kg/100 kg m.i.)	6,17	6,77	14,16
Densité de coloration (%)	32,95	38,80	66,20
Profondeur moyenne d'infiltration (mm)	1,83	2,20	4,22

L'immersion sous vide dans des conditions de dépressurisation et de pressurisation rapides se traduit par une forte augmentation de la profondeur d'infiltration (+ 92 %), une forte augmentation du gain en sel (+ 109 %) et par une légère augmentation de la perte en eau. (- 22 %) par rapport à une immersion sous vide conduite dans des conditions de dépressurisation et de pressurisation lentes.

Intérêt des phases stationnaires

	Traitement 1		Traitement 2		Traitement 3	
	Témoins à pression atmosphérique		Immersion sous Vide		Immersion sous Vide sans phases stationnaires	
Produit traité	Viande de dinde $7 \times 5 \times 2$		Viande de dinde $7 \times 5 \times 2$		Viande de dinde $7 \times 5 \times 2$	
Dimensions (cm ³)	Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau		Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau		Eau-NaCl - [NaCl] = 350 g/kg d'eau	
Solution	Pression atmosphérique		20 kPa		20 kPa	
Pression minimale (kPa)	10		10		10	
Température (°C)						
Cycles						
t0 (s)	0		100		100	
t1 (s)	0		300		0	
t2 (s)	0		20		20	
t3 (s)	0		300		0	
Durée d'un cycle (s)	0		720		120	
Nombre de cycles	0		5		30	
Temps de traitement (minutes)	60		60		60	
Perte en eau (kg/100 kg m.i.)	5,51		2,45		4,72	
Gain en sel (kg/100 kg m.i.)	4,46		6,06		5,52	

Lorsque les phases stationnaires de maintien de la pression minimale et de la pression atmosphérique sont éliminées ($t_1 = t_3 = 0$), l'effet de l'immersion sous vide sur les transferts de matières est moins important, la perte en eau et le gain en sel étant intermédiaires entre les pertes en eau et gains en sel observés en saumurage traditionnel et en immersion sous vide avec phases stationnaires. On notera que sans phases stationnaires, le nombre de cycles est augmenté (de 5 à 30). Or l'effet de l'immersion sous vide est d'autant plus fort que le nombre de cycles est important.

REVENDECATIONS

1 - Procédé d'imprégnation par immersion sous pression variable de produits poreux (3) d'origine animale ou végétale, caractérisé en ce qu'on provoque une expansion volumique contrôlée de la phase gazeuse dissoute et/ou occluse dans le produit, par une diminution rapide, progressive et contrôlée de la pression du produit préalablement immergé dans une phase liquide de traitement à la pression atmosphérique, jusqu'à une pression minimale (P_v), suivie d'une infiltration progressive et contrôlée de la phase liquide de traitement dans le produit par une augmentation progressive et contrôlée de la pression jusqu'à la pression atmosphérique, la vitesse de pressurisation et/ou de dépressurisation étant maîtrisée pour permettre la création de cavités au sein des tissus du produit et en augmenter la porosité, et en ce que la pression d'ébullition de la solution de traitement est inférieure à celle du solvant contenu dans le produit.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite pression minimale est suffisamment basse pour provoquer l'ébullition d'une partie de l'eau occluse dans le produit à la température de traitement.

3 - Procédé d'imprégnation de produits carnés selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans lequel on maintient les variations de la pression dans une plage allant de 10^3 pascal/seconde à 10^6 pascal/seconde, et dans lequel on maintient la température de ladite phase liquide dans une plage allant de 0°C à 15°C .

4 - Procédé d'imprégnation de fruits, légumes ou herbes aromatiques selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans lequel on maintient les variations de la pression dans une plage allant de 250 pascal/seconde à 10^6 pascal/seconde, et dans lequel on maintient la température de ladite phase liquide dans une plage allant de 0°C à 90°C .

5 - Procédé d'imprégnation de produits ligneux selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans lequel on maintient les variations de la pression dans une plage allant de 10 pascal/seconde à 10^6 pascal/seconde, et dans lequel on maintient la température de ladite phase liquide dans une plage allant de 10°C à 100°C .

6 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel on effectue plusieurs cycles successifs comportant chacun les étapes successives suivantes :

5 - diminution contrôlée et progressive de la pression, à partir de la pression atmosphérique jusqu'à ladite pression minimale, la durée de cette étape étant comprise entre 0,1 sec et 120 sec ;

- le cas échéant maintien de la pression à ladite pression minimale pendant une durée comprise entre 0 sec et 360 sec ;

10 - augmentation contrôlée et progressive de la pression à partir de la pression minimale jusqu'à la pression atmosphérique, la durée de cette étape étant comprise entre 0,1 sec et 120 sec ;

- le cas échéant maintien de la pression à ladite pression atmosphérique pendant une durée comprise entre 0 sec et 360 sec.

15 7 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel on effectue un dégazage de la phase liquide de traitement avant de soumettre les produits aux variations de pression.

8 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel on utilise un dispositif selon l'une quelconque des revendications 9 à 14.

20 9 - Dispositif (1) d'imprégnation par immersion dans un conteneur (2,14,17), sous pression variable, de produits (3) d'origine animale ou végétale, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de mesure, de contrôle et de commande de la vitesse de dépressurisation et/ou de la vitesse de pressurisation des produits immergés dans une solution (4) de traitement, de manière à assurer une dépressurisation et une pressurisation rapide des produits.

25 10 - Dispositif selon la revendication 9 qui comporte un réservoir (5,6) intercalé entre ledit conteneur (2,14,17) et un appareil (7) d'aspiration, et comporte une vanne (V2,V5) de régulation entre le conteneur et le réservoir, ainsi qu'une vanne (V3,V4) de sectionnement entre le réservoir et l'appareil d'aspiration, et un ordinateur recevant un signal délivré par un capteur (20) de pression pour contrôler ladite dépressurisation

progressive du conteneur ainsi que, le cas échéant, un palier de maintien à la pression minimale.

11 - Dispositif selon la revendication 10 qui comporte deux réservoirs (5,6) de « vide » raccordés en parallèle et connectés audit conteneur et audit appareil d'aspiration .

12 - Dispositif selon la revendication 9 qui comporte des moyens (22,23) permettant d'augmenter et de diminuer le volume d'une cavité (24) qui est en communication directe avec le conteneur (14,17).

13 - Dispositif selon la revendication 12 dans lequel lesdits moyens (22,23) sont essentiellement constitués par un piston (23) mobile en translation dans une chambre (24) communiquant avec la partie inférieure (17) du conteneur.

14 - Dispositif selon la revendication 12 ou 13 qui comporte un deuxième conteneur (15) de réserve communiquant avec le premier conteneur (14,17) par un conduit (16) les reliant en partie basse, ce deuxième conteneur contenant ladite solution de traitement et un tampon gazeux.

15 - Produit (3) poreux d'origine animale ou végétale obtenu par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8.

1/3

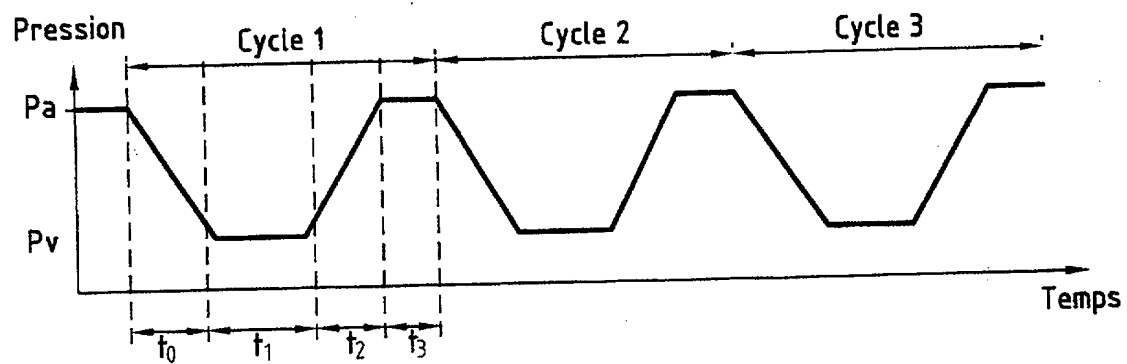


FIG.1

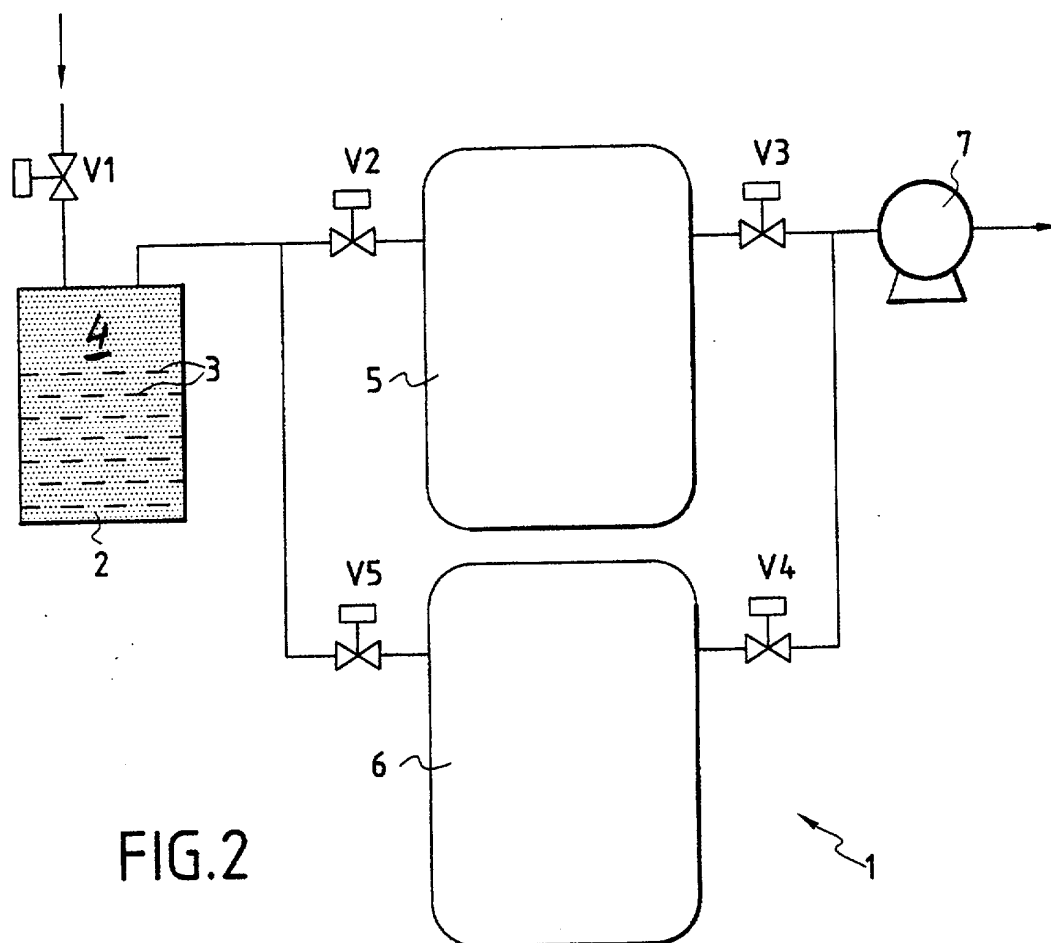


FIG.2

2/3

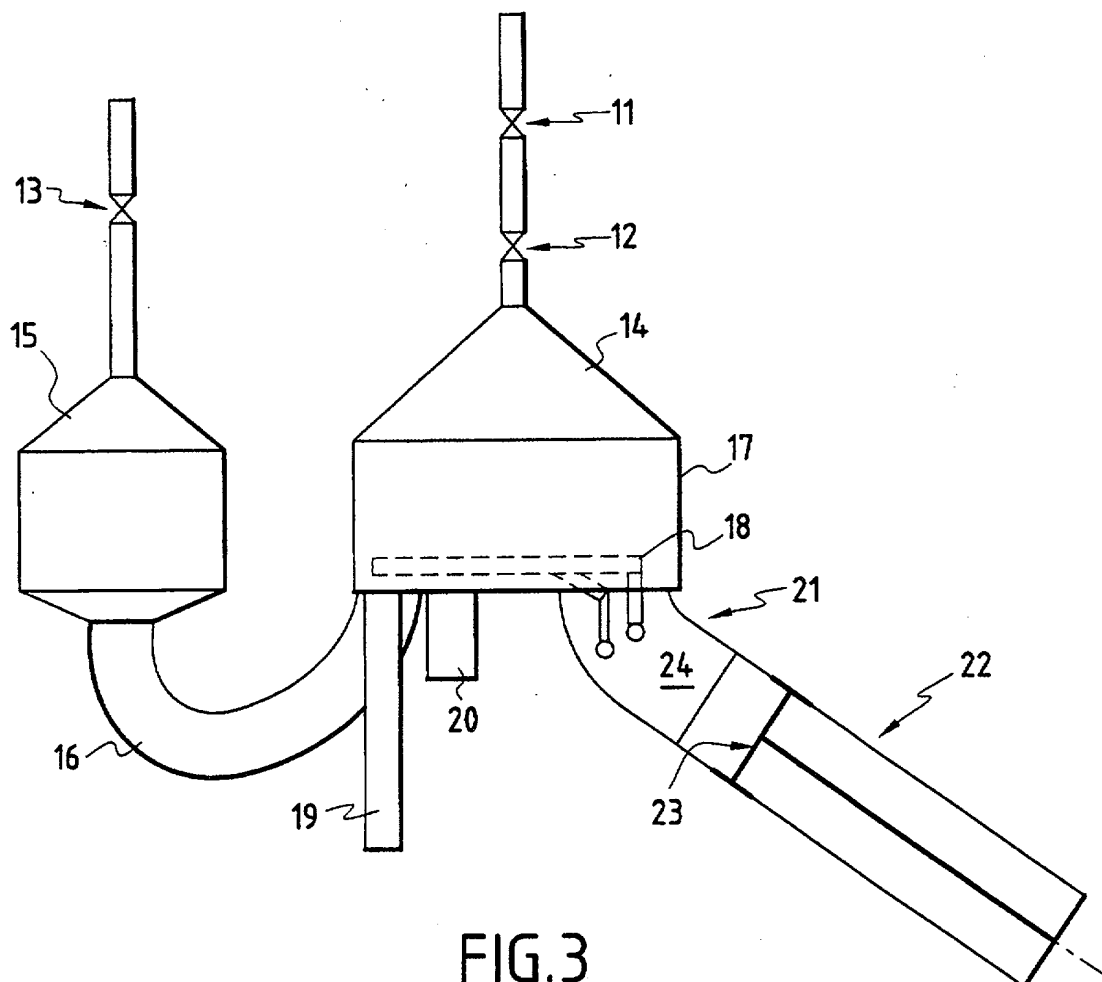


FIG.3

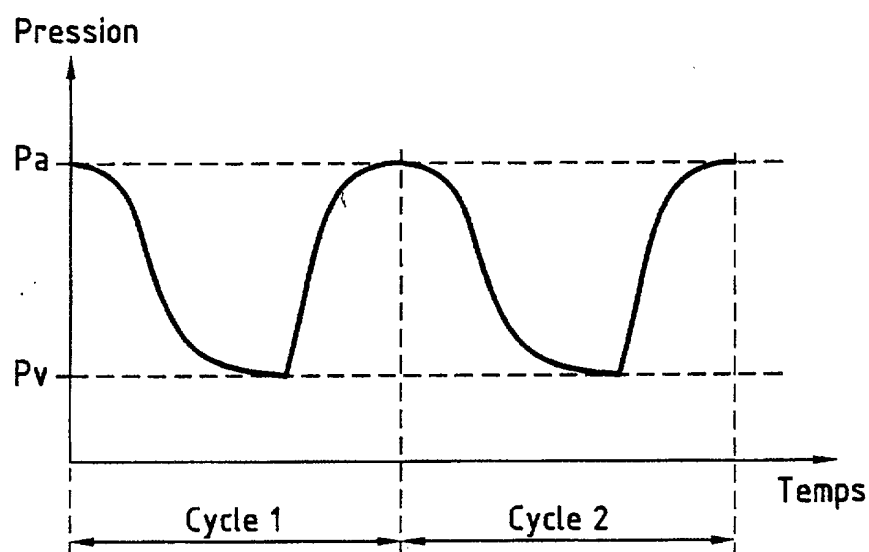


FIG.5

3/3

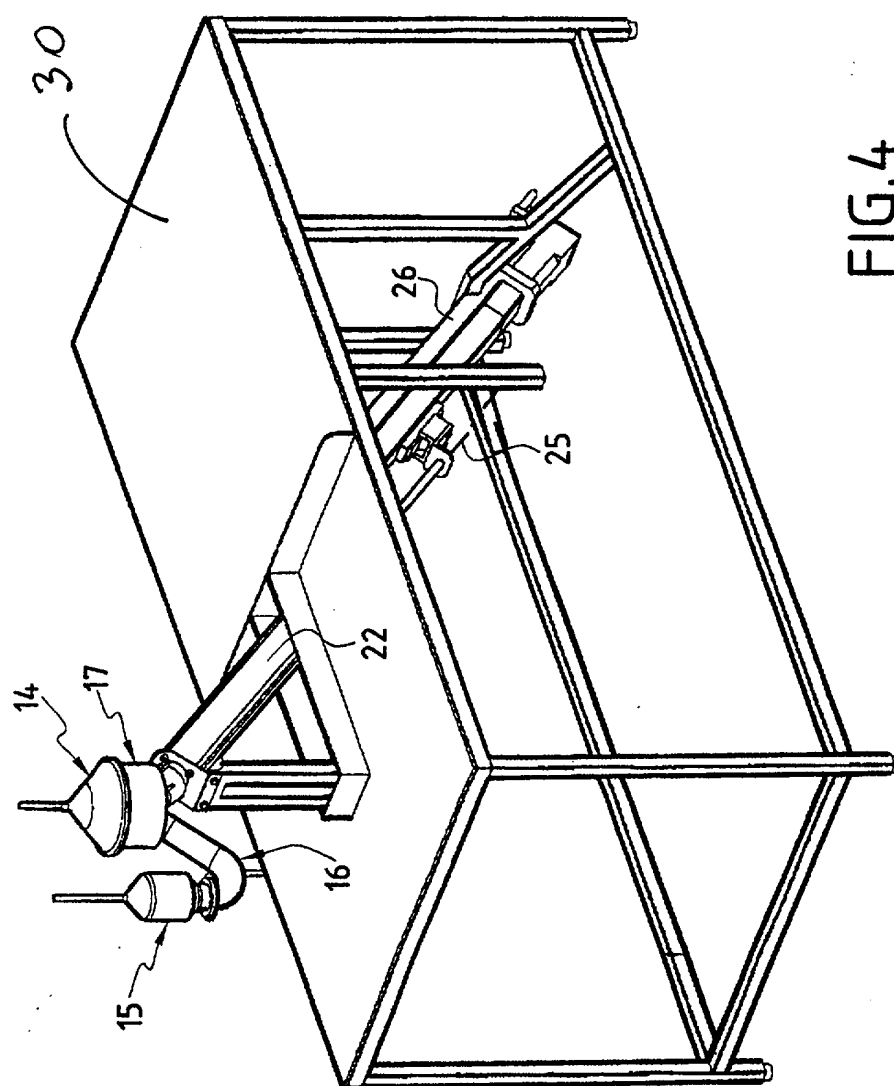


FIG. 4

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

Après l'accomplissement de la procédure prévue par les textes rappelés ci-dessus, le brevet est délivré. L'Institut National de la Propriété Industrielle n'est pas habilité, sauf dans le cas d'absence **manifeste** de nouveauté, à en refuser la délivrance. La validité d'un brevet relève exclusivement de l'appréciation des tribunaux.

L'I.N.P.I. doit toutefois annexer à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention. Ce rapport porte sur les revendications figurant au brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

- ☒ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Le demandeur a maintenu les revendications.
- ☒ Le demandeur a modifié les revendications.
- ☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n' étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- ☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITÉS DANS LE PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

- ☒ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.
- ☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.
- ☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.
- ☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1.ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION	
Référence des documents (avec indication, le cas échéant, des parties pertinentes)	Revendications du brevet concernées
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 008, no. 255 (C-253), 21 novembre 1984 (1984-11-21) & JP 59 135858 A (TAIYOU GIYOGIYOU KK), 4 août 1984 (1984-08-04) * abrégé *	1 à 3,6,15
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 011, no. 232 (C-437), 29 juillet 1987 (1987-07-29) & JP 62 044133 A (KUWABARA SHOKUHIN:KK), 26 février 1987 (1987-02-26) * abrégé *	1,2,4,6,15
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 10, 31 août 1998 (1998-08-31) & JP 10 136943 A (SAMSON CO LTD), 26 mai 1998 (1998-05-26) * abrégé *	1,3,8,9,15
EP 0 273 843 A (DREANO CLAUDE) 6 juillet 1988 (1988-07-06) * le document en entier *	1 à 3,15
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 273 (C-0953), 18 juin 1992 (1992-06-18) & JP 04 071475 A (SUMITOMO BAKELITE CO LTD), 6 mars 1992 (1992-03-06) * abrégé *	1,5
DATABASE WPI Section Ch, Week 197734 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 1977-60547Y XP002156360 & JP 52 028864 B (QP CORP), 29 juillet 1977 (1977-07-29) * abrégé *	1,15
US 5 970 624 A (MORIYA KAZUO) 26 octobre 1999 (1999-10-26) * colonne 2, ligne 12 - colonne 3, ligne 5; figures * * colonne 5, ligne 46 - colonne 6, ligne 4	1,5,15
FR 2 674 455 A (STORK FMN BV) 2 octobre 1992 (1992-10-02) * le document en entier *	1,2,4,8 à 10, 15
GB 1 470 070 A (KALK CHEMISCHE FABRIK GMBH) 14 avril 1977 (1977-04-14) * le document en entier *	1,2,5,8,9,15

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT
L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL**

US 4 789 558 A (WINKLER GARY A ET AL) 6 décembre 1988 (1988-12-06)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 155 (C-494), 12 mai 1988 (1988-05-12)
& JP 62 269666 A (MAKOTO INOUE), 24 novembre 1987 (1987-11-24)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 0056, no. 5062 (C-052), 25 avril 1981 (1981-04-25)
& JP 56 015641 A (YAMAMOTO HIKARI), 14 février 1981 (1981-02-14)

US 3 968 276 A (ALLEN WILLIAM R) 6 juillet 1976 (1976-07-06)

FR 2 647 388 A (LAMELLUX BOURDARIE ;BUCHET PIERRE (FR))
30 novembre 1990 (1990-11-30)

EP 0 393 306 A (DESOWAG MATERIALSCHUTZ
GMBH) 24 octobre 1990 (1990-10-24)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE
DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

Référence des documents (avec indication, le cas échéant, des parties pertinentes)	Revendications du brevet concernées
NEANT	